

## JP2003253155

Publication Title:

METHOD FOR MANUFACTURING TREATED PIGMENT USED FOR ULTRAVIOLET-CURABLE JET INK, AND METHOD FOR MANUFACTURING ULTRAVIOLET-CURABLE JET INK COMPOSITION USING THE SAME

Abstract:

Abstract of JP2003253155

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a coloring material suitable for a composition for an ultraviolet-curable ink jet recording excellent in delivering stability and preservation stability.

SOLUTION: A pigment derivative-treated pigment, obtained by mixing a pigment with a hydrophilic group-containing pigment derivative in water and subsequently subjecting the resultant mixture to a drying treatment, is employed as a coloring material for an oily composition for an ultraviolet-curable ink jet recording. Particularly preferably, the hydrophilic group is a sulfonic group. Combined use of a polymer dispersant having a basic adsorbing group is also preferable to exhibit remarkable effects. Further, selection of a (meth)acrylate for dissolving the polymer dispersant combines with unuse of an organic solvent for dilution permits to enhance durability of a cured film.

COPYRIGHT: (C)2003,JPO Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

-----  
Courtesy of <http://v3.espacenet.com>

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-253155

(P2003-253155A)

(43) 公開日 平成15年9月10日 (2003.9.10)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード* (参考)
C 0 9 C 3/08		C 0 9 C 3/08	2 C 0 5 6
B 4 1 J 2/01		B 4 1 M 5/00	E 2 H 0 8 6
B 4 1 M 5/00		C 0 9 D 11/00	4 J 0 3 7
C 0 9 D 11/00		B 4 1 J 3/04	1 0 1 Y 4 J 0 3 9
審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 7 頁)			

(21) 出願番号 特願2002-53592(P2002-53592)

(22) 出願日 平成14年2月28日 (2002.2.28)

(71) 出願人 000002886

大日本インキ化学工業株式会社  
東京都板橋区坂下3丁目35番58号

(72) 発明者 山田 豊

埼玉県さいたま市南浦和1-4-1-103

(72) 発明者 山口 尚男

埼玉県上尾市菅谷1-102-2大塚第2ビル103

(72) 発明者 尾島 治

埼玉県上尾市小泉684-1グランドール102

(74) 代理人 100088764

弁理士 高橋 勝利

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 紫外線硬化型ジェットインクに用いる処理顔料の製造方法、およびこれを用いた紫外線硬化型ジェットインク組成物の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 吐出安定性、保存安定性に優れた紫外線硬化型インクジェット記録用組成物に好適な式剤を提供する。

【解決手段】 顔料と親水性基を有する顔料誘導体を水中で混合後、乾燥処理した顔料誘導体処理顔料を油性の紫外線硬化型インクジェット記録用組成物の式剤として用いる。特に親水性基がスルホン酸基のとき好ましく。また塩基性の吸着基を有する高分子分散剤を併用すると効果が顕著でさらに好ましい。高分子分散剤を溶解する(メタ)アクリレートを選定し、希釈性有機溶剤を用いないことでさらに効果被膜の耐久性を向上させることができる。

【特許請求の範囲】

【請求項１】少なくとも顔料、紫外線硬化性モノマー、重合開始剤を含有する紫外線硬化型インクジェット記録用組成物に用いる処理顔料の製造方法であって、顔料と親水性基を有する顔料誘導体を水中で混合後、乾燥することを特徴とする処理顔料の製造方法。

【請求項２】前記親水性基を有する顔料誘導体が、スルホン酸基を有する顔料誘導体である請求項１に記載の処理顔料の製造方法。

【請求項３】少なくとも、紫外線硬化性モノマー、重合開始剤を含有する混合物中へ、顔料を分散する工程を有する紫外線硬化型インクジェット記録用組成物の製造方法であって、前記顔料を親水性基を有する顔料誘導体と水中で混合後、乾燥して使用することを特徴とする紫外線硬化型インクジェット記録用組成物の製造方法。

【請求項４】前記混合物が塩基性の吸着基を有する高分子分散剤を含有する請求項３記載の紫外線硬化型インクジェット記録用組成物の製造方法。

【請求項５】前記混合液が分散媒として紫外線硬化性化合物のみを含有する請求項３記載の紫外線硬化型インクジェット記録液の製造方法。

【請求項６】前記混合液中の紫外線硬化性化合物として、２－ヒドロキシ－３－フェノキシプロピルアクリレートを含有する請求項５記載の紫外線硬化型インクジェット記録用組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【０００１】

【発明の属する技術分野】本発明は、紫外線硬化型ジェットインク組成物に用いられる顔料の処理方法、もしくは処理顔料の製造方法に関するものであり、更にこれを色材に用いた吐出安定性、分散安定性に優れた紫外線硬化型インクジェット記録用組成物に関するものである。

【０００２】

【従来の技術】インクジェット記録装置による印刷は、ノズルよりインクを吐出し被記録材に付着せしめる方式であり、該ノズルと被記録材が非接触状態にあるため、曲面や凹凸した不規則な形状を有する表面に対して、良好な印刷を行うことができる。このため、産業用途で広範囲にわたる利用分野が期待されている印刷方式である。このようなインクジェット記録用インクには、主溶剤として水を用いる水性インクと主溶剤として有機溶剤を用いる油性インクがあり、主に水系溶媒に染料を溶解した水性インクが用いられている。従来の水性染料インクを産業用途で使用する場合の問題点として、非吸収材料への乾燥速度、印刷画像の付着性、耐摩耗性、耐水性、耐光性等の耐久性不良があり、これらを改善したインクとして、色材に顔料を用い、かつ紫外線硬化性化合物を用いて、紫外線等の活性エネルギー線で硬化乾燥するようにした水性、および油性のインクジェット記録用組成物が数多く提案されている。

【０００３】しかしながら、色材に顔料を用い、吐出安定性、保存安定性の両方を全て満足する、紫外線等の活性エネルギー線で硬化乾燥するインクジェット記録用組成物は得られていないのが現状であり、吐出安定性、保存安定性に優れた顔料系の紫外線硬化型インクジェット記録用組成物が強く求められている。

【０００４】さらに、印刷物の付着性、耐摩耗性、耐水性、耐溶剤性等の耐久性を得るためには、水、有機溶剤等の非反応性希釈溶剤を含有しない非水系（油性）の紫外線硬化型インクを用いることが有利であり、吐出安定性、保存安定性に優れ、かつ希釈溶剤を含有しない顔料系の紫外線硬化型インクジェット記録用組成物が要望されている。

【０００５】

【発明が解決しようとする課題】ノズル先端の吐出オリフィス（微細孔）よりインクを吐出させて印刷画像を形成するインクジェット記録用インクの吐出安定性に係わる一般的な要求特性として次の３点がある。

（１）低粘度であり、吐出口でのインクの乾燥による粘度変化が小さい。

（２）粒子化（インクの切断）がスムーズに行われる。

（３）吐出方向安定性が良好である。

【０００６】顔料系インクのスムーズな粒子化、良好な吐出方向安定性を実現するためには、顔料粒子が微細に分散されていなければならない。インク中の粗大粒子の存在、分散安定性不良による凝集物の発生は、吐出口におけるインク柱のスムーズな切断を妨害すると共に、オリフィス周辺への凝集物の付着により吐出方向安定性が不良となるからである。したがって、吐出安定性、分散安定性に優れた紫外線硬化型インクジェット記録用組成物を得るためには、紫外線硬化性モノマーを含有する混合物中へ微細な顔料を安定に分散させる事が重要である。しかしながら従来の紫外線硬化型インクジェット記録用組成物においては、顔料の紫外線硬化性モノマーへの分散が必ずしも充分とは言えなかった。

【０００７】すなわち本発明の第一の目的は、微細な顔料が安定に分散しており、吐出安定性、保存安定性に優れた紫外線硬化型インクジェット記録用組成物を提供することであり、これを達成するための顔料の表面処理方法を提供することである。さらに本発明の第二の目的は、吐出安定性、保存安定性に加えて硬化被膜の耐久性に優れた顔料系の紫外線硬化型インクジェット記録用組成物を提供することにある。

【０００８】

【課題を解決するための手段】以上の説明から明らかなように、吐出安定性、分散安定性に優れた顔料系の紫外線硬化型インクジェット記録用組成物を得るためには、微細な顔料を紫外線硬化性材料中に安定に分散させなければならない。本発明者らは、上記課題を解決するため、鋭意検討を重ねた結果、顔料と親水性基を有する顔

料誘導体を水中で混合後、乾燥処理することによって得られる処理顔料を用いることにより、紫外線硬化性材料中へ顔料が安定に分散することを見いだし本発明に至った。

【0009】即ち、本発明は、少なくとも顔料、紫外線硬化性モノマー、重合開始剤を含有する紫外線硬化型インクジェット記録用組成物に用いる処理顔料の製造方法であって、顔料と親水性基を有する顔料誘導体を水中で混合後、乾燥することを特徴とする処理顔料の製造方法を提供するものである。さらにまた本発明は、少なくとも、紫外線硬化性モノマー、重合開始剤を含有する混合物中へ顔料を分散する工程を有する紫外線硬化型インクジェット記録用組成物の製造方法であって、前記顔料を水中で、親水性基を有する顔料誘導体と混合後、乾燥して使用することを特徴とする紫外線硬化型インクジェット記録用組成物の製造方法を提供するものである。

【0010】本発明の顔料処理方法によると、親水性基を有する顔料誘導体が水中で顔料と混合されることにより良好に分散し、顔料表面に吸着される。その後、該顔料が紫外線硬化性モノマー中に分散されると、親水性基を有する顔料誘導体は顔料から脱離しにくく長期にわたって顔料の分散を安定化するため、吐出安定性が向上する。本発明における顔料誘導体は、水に溶解、または容易に分散する親水性の化合物である必要があり、顔料分子骨格にスルホン酸基を導入した誘導体を用いることが好ましい。また、本発明の紫外線硬化性インクジェット記録用組成物の製造方法においては、紫外線硬化性モノマー、重合開始剤を含有する混合物中へ顔料を分散させる際、該混合液中に塩基性の吸着基を有する高分子分散剤を含有することが好ましい。

【0011】このような高分子分散剤を使用すると、高分子化合物の吸着による立体障害斥力による分散安定化が有効に働く。さらにまた、顔料を分散させる前記混合物は分散媒として紫外線硬化性化合物のみを含有することが好ましい。非水分散系（油性）で安定な分散液を得るためには、高分子分散剤は、溶解しないと高分子鎖が伸長せず、処理顔料への吸着点が露出しないため、これを溶解しなければならない。しかしここで希釈性有機溶剤による溶解を行わず、高分子分散剤を溶解する（メタ）アクリレートをインクに含有させることにより被膜耐久性の高い紫外線硬化性インクジェット記録液組成物を作製することができる。

【0012】本発明における高分子分散剤としては、塩基性の吸着性の基を持つ高分子分散剤が好ましく、これを溶解する（メタ）アクリレートとしては、2-ヒドロキシ-3-フェノキシプロピルアクリレートが高い溶解度を実現し好ましい。現在実用化されている紫外線硬化性化合物には、その反応機構によりラジカル重合型とカチオン重合型がある。低粘度で硬化乾燥速度の速いインクを得るためには、紫外線硬化性化合物としてラジカ

ル重合型化合物である（メタ）アクリレートを使用する事が好ましく、また本発明の処理顔料の製造方法で作製した顔料も、（メタ）アクリレートを紫外線硬化性化合物として用いた場合に好適である。

【0013】

【発明の実施の形態】次に、本発明の実施形態を示すとともに、本発明を更に詳細に説明する。

【0014】本発明に使用する顔料としては、カーボンブラック、酸化鉄等の無機顔料、不溶性アゾ顔料、溶性アゾ顔料、フタロシアニン顔料、キナクリドン顔料、ペリレン顔料、イソインドリン顔料、ベンズイミダゾロン顔料、ピランスロン顔料、チオインジゴ顔料、キノフタロン顔料等が挙げられる。

【0015】本発明で使用する親水性基を有する顔料誘導体とは、顔料分子骨格にスルホン酸基、アミノ酸基等、官能基を導入したものであり、顔料と分散剤（高分子分散剤等）との強固な吸着を発現させるための分散助剤として用いられる。顔料誘導体の分子骨格は、通常色相の関係から使用する顔料と同一のものをを用いることが好ましいが、同じ色相のものであれば、分子骨格の異なるものも使用できる。

【0016】本発明は、顔料と親水性基を有する顔料誘導体を精製水で混合処理することにより、顔料誘導体を顔料に吸着させる方法であるため、水に溶解、または容易に分散するものでなければ使用できない。具体的には、顔料分子骨格にスルホン酸基を導入した顔料誘導体が好ましい。カーボンブラック等の黒色顔料、フタロシアニン顔料等のシアン色顔料に用いる顔料誘導体を例にとれば、顔料誘導体としては、フタロシアニンスルホン酸、またはフタロシアニンスルホン酸のナトリウム、アルミニウム等の金属塩が好ましい。

【0017】顔料に対する顔料誘導体の添加量は、顔料により異なり粒子径の小さい顔料ほど添加量を多くする必要がある。具体的には、顔料に対して1～15質量%の範囲が好ましく、3～12質量%の範囲が特に好ましい。使用量が少なすぎる場合には効果が発現されにくく、多すぎる場合には過剰の未溶解成分が吐出安定性に悪影響を及ぼす。

【0018】本発明に使用する水は、無機塩類等の不純物を除去したイオン交換水、蒸留水等であることが好ましい。これらの水を用いる事により、無機塩等の水溶性不純物により発生するノズル目詰まりを防止できる。

【0019】水に濡れにくい顔料の濡れを改善し溶媒中で顔料を微分散させる目的で水に水溶性有機溶剤を添加してもよい。具体的にはメタノール、エタノール、イソプロパノール等の炭素数が3以下の低級アルコールが好ましく、水溶性有機溶剤の使用量は、水に対し100質量%以下であることが好ましい。

【0020】顔料と顔料誘導体の水中での混合は、通常の分散攪拌機を用いて行うことができる。混合処理時の

顔料濃度は、処理効果を高める点から8質量%以下とすることが好ましい。顔料と親水性基を有する顔料誘導体の混合物を、ヌッチェ等で別し、80～140℃の温度で乾燥することにより、処理顔料を得ることができる。

【0021】高分子分散剤は、一般的に顔料への吸着基が塩基性のもの、酸性のもの、および両方をもつものに分類される。本発明で得られる処理顔料に対しては、塩基性の吸着基を持つ分散剤が良好な分散安定性を付与できる点で好ましい。具体的には、味の素ファインテクノ製のアジスパーPB821、PB822、PB817、アビシア製のソルスパーズ24000GR、32000、楠本化成製のディスパロンDA-703-50、DA-705、DA-725等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。また、分散剤のインク中への含有量は、顔料に対して30～80質量%の範囲が好ましい。

【0022】非水分散系（油性）で安定な分散液を得るためには、高分子分散剤は、溶解しないと高分子鎖が伸長せず、処理顔料への吸着点が露出しないため、高分子分散剤を溶解する希釈性溶剤が必要となる。しかしながら希釈性溶剤の使用は被膜の強度、耐久性を低下させる。このため顔料は紫外線硬化性化合物と重合開始剤のみからなる分散媒に分散することが好ましく、希釈性溶剤にかわって前記高分子分散剤を溶解する（メタ）アクリレートを含む顔料の分散を行わなければならない。

【0023】本発明に使用する高分子分散剤を溶解する（メタ）アクリレートとしては、良好な分散安定性を得るために、高分子分散剤を30%以上溶解するものを選定する必要がある。具体的には、2-ヒドロキシ-3-フェノキシプロピル（メタ）アクリレート、テトラフルフリル（メタ）アクリレート、ネオペンチルグリコール（メタ）アクリレート、2-ヒドロキシエチル（メタ）アクリレート、ベンジル（メタ）アクリレートなどが挙げられる。中でも、2-ヒドロキシ-3-フェノキシプロピルアクリレートが特に好ましく、例えば、大阪有機化学製 商品名「ビスコート#220」、共栄社化学製 商品名「エポキシエステルM-600A」、東亜合成化学製 商品名「アロニックスM-5700」等として市販されているので、容易に入手可能である。なお、本発明では、アクリレートとメタアクリレートとを併せて（メタ）アクリレートと称している。これらの高分子分散剤を溶解する（メタ）アクリレートの含有量は、インク中の高分子分散剤の含有量と同量以上含有させる事が好ましい。

【0024】本発明のインク組成物に優れた硬化性、硬化被膜の耐久性を付与するために、高分子分散剤を溶解する（メタ）アクリレート以外の紫外線硬化成分として、各種の（メタ）アクリレートを含むことができる。

具体的には、（メタ）アクリレートオリゴマー、単官能（メタ）アクリレート、多官能（メタ）アクリレートが挙げられる。これらは2種類以上併用して用いる事ができる。

【0025】本発明に使用できる（メタ）アクリレートオリゴマーとしては、ウレタン（メタ）アクリレートオリゴマー、エポキシ（メタ）アクリレートオリゴマー、ポリエステル（メタ）アクリレートオリゴマー等が挙げられ、2種類以上併用して用いることができる。（メタ）アクリレートオリゴマーの含有量は、ジェットインク組成物の粘度、硬化性の点から、紫外線硬化性組成物の総量に対して、2～20%の範囲で用いることが好ましい。

【0026】本発明に使用できる単官能（メタ）アクリレートとして例えば、メチル、エチル、プロピル、ブチル、アミル、2-エチルヘキシル、オクチル、ノニル、ドデシル、ヘキサデシル、オクタデシル、シクロヘキシル、ベンジル、メトキシエチル、ブトキシエチル、フェノキシエチル、ノニルフェノキシエチル、グリシジル、ジメチルアミノエチル、ジエチルアミノエチル、イソボルニル、ジシクロペンタニル、ジシクロペンテニル、ジシクロペンテニロキシエチル等の置換基を有する（メタ）アクリレート等が挙げられる。これらは2種類以上併用して用いることができる。

【0027】また、多官能（メタ）アクリレートとしては例えば、1, 3-ブチレンジグリコール、1, 4-ブタンジオール、1, 5-ペンタンジオール、3-メチル-1, 5-ペンタンジオール、1, 6-ヘキサジオール、ネオペンチルグリコール、1, 8-オクタンジオール、1, 9-ノナンジオール、トリシクロデカンジメタノール、エチレンジグリコール、ポリエチレンジグリコール、プロピレンジグリコール、ジプロピレンジグリコール、トリプロピレンジグリコール、ポリプロピレンジグリコール等のジ（メタ）アクリレート、トリス（2-ヒドロキシエチル）イソシアヌレート等のジ（メタ）アクリレート、ネオペンチルグリコール1モルに4モル以上のエチレンオキシドもしくはプロピレンオキシドを付加して得たジオールのジ（メタ）アクリレート、ビスフェノールA1モルに2モルのエチレンオキシドもしくはプロピレンオキシドを付加して得たジオールのジ（メタ）アクリレート、トリメチロールプロパン1モルに3モル以上のエチレンオキシドもしくはプロピレンオキシドを付加して得たトリオールのジまたはトリ（メタ）アクリレート、ビスフェノールA1モルに4モル以上のエチレンオキシドもしくはプロピレンオキシドを付加して得たジオールのジ（メタ）アクリレート、トリメチロールプロパントリ（メタ）アクリレート、ペンタエリスリトールトリ（メタ）アクリレート、ジペンタエリスリトールのポリ（メタ）アクリレート、エチレンオキシド変性リン酸（メタ）アクリレート、エチレンオキシ

ド変性アルキルリン酸(メタ)アクリレート等が挙げられる。これらは2種類以上併用して用いることができる。

【0028】本発明に使用する光重合開始剤は、用いる紫外線硬化性化合物が硬化できる公知慣用のものがいずれも使用できる。光重合開始剤としては、分子開裂型または水素引き抜き型のものが本発明に好適である。

【0029】本発明に使用する光重合開始剤として、ベンゾインイソブチルエーテル、2, 4-ジエチルチオキサントン、2-イソプロピルチオキサントン、ベンジル、2, 4, 6-トリメチルベンゾイルジフェニルフォスフィンオキシド6-トリメチルベンゾイルジフェニルフォスフィンオキシド、2-ベンジル-2-ジメチルアミノ-1-(4-モルフォリノフェニル)-ブタン-1-オン、ビス(2, 6-ジメチルキシベンゾイル)-2, 4, 4'-トリメチルペンチルフォスフィンオキシド等が好適に用いられ、さらにこれら以外の分子開裂型のものとして、1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン、ベンゾインエチルエーテル、ベンジルジメチルケタール、2-ヒドロキシ-2-メチル-1-フェニルプロパン-1-オン、1-(4-イソプロピルフェニル)-2-ヒドロキシ-2-メチルプロパン-1-オンおよび2-メチル-1-(4-メチルチオフェニル)-2-モルフォリノプロパン-1-オン等を併用しても良いし、さらに水素引き抜き型光重合開始剤である、ベンゾフェノン、4-フェニルベンゾフェノン、イソフタルフェノン、4-ベンゾイル-4'-メチル-ジフェニルスルフィド等も併用できる。

【0030】また上記光重合開始剤に対し、増感剤として例えば、トリメチルアミン、メチルジメタノールアミン、トリエタノールアミン、p-ジエチルアミノアセトフェノン、p-ジメチルアミノ安息香酸エチル、p-ジメチルアミノ安息香酸イソアミル、N, N-ジメチルベンジルアミンおよび4, 4'-ビス(ジエチルアミノ)ベンゾフェノン等の、前述重合性成分と付加反応を起こさないアミン類を併用することもできる。もちろん、上記光重合開始剤や増感剤は、紫外線硬化性化合物への溶解性に優れ、紫外線透過性を阻害しないものを選択して用いることが好ましい。

【0031】光重合開始剤と増感剤は紫外線硬化性組成物総量に対して0.1~20質量%、好ましくは、7~14質量%の範囲で用いる。

【0032】また、本発明のインク組成物には、表面張力の調整、被印刷材料に対する接着性の付与等を目的に、樹脂、添加剤等を配合する事もできる。

#### 【0033】

【実施例】以下、実施例によって本発明を更に詳細に説明するが、本発明の範囲にかかる実施例に限定されるものではない。なお、以下の実施例中、部は質量部を表す。

#### 【0034】(処理顔料の調製)

(処理顔料調製例1) 精製水1000部にフタロシアンスルホン酸4部を加えて攪拌・混合する。この溶液中に#960(三菱化学製塩基性カーボンブラック)40部を加えて、30分間攪拌・混合後、ヌッチェでろ別する。ろ別した固形物を120℃で2時間乾燥して処理カーボンブラックを作製する。

【0035】(処理顔料調製例2) 精製水1000部にフタロシアンスルホン酸3部を加えて攪拌・混合する。この溶液中にFastogen Blue TGR(大日本インキ化学工業製のC. I. ピグメントブルー15:3)60部を加えて、30分間攪拌・混合後、ヌッチェでろ別する。ろ別した固形物を120℃で2時間乾燥して処理フタロシアン顔料を作製する。

#### 【0036】(ミルベースの調製例)

(ミルベース調製例1) 調製例1の処理カーボンブラック10部、アジスパーPB821(味の素ファインテクノ製高分子分散剤)6部、アロニックスM5700(東亜合成製)14部、エチレンオキサイド付加1, 6ヘキサンジオールジアクリレート63部、3-メトキシブチルアクリレート7部を攪拌機で1時間攪拌混合した後、ビーズミルで4時間処理してミルベースを作製した。

【0037】(ミルベース調製例2) 調製例の処理フタロシアン顔料10部、アジスパーPB821(味の素ファインテクノ製高分子分散剤)3部、アロニックスM5700(東亜合成製)7部、エチレンオキサイド付加1, 6ヘキサンジオールジアクリレート72部、3-メトキシブチルアクリレート8部を攪拌機で1時間攪拌混合した後、ビーズミルで4時間処理してミルベースを作製した。

【0038】(ミルベース比較調製例1) ミルベース調製例1に使用した処理カーボンブラックの替わりに未処理の#960を用いて、ミルベース調製例1と同様な方法でミルベースを作製した。

【0039】(ミルベース比較調製例2) ミルベース調製例2に使用した処理フタロシアン顔料の替わりに未処理のFastogen Blue TGRを用いて、ミルベース調製例2と同様な方法でミルベースを作製した。

(ミルベース比較調整例3) ミルベース調整例1の調整例の処理カーボンブラック10部のかわりに、#960(三菱化学製塩基性カーボンブラック)9部にフタロシアンスルホン酸1部を加えミルベース調整例1と同様の攪拌条件でミルベースを作製した。

#### 【0040】(インクの調製例)

(実施例1) ポリウレタンアクリレートオリゴマー(カプロラクトン変性ヒドロキシエチルアクリレートとトリレンジソシアネートとの反応物)4.0部、エチレンオキサイド付加トリメチロールプロパントリアクリレ

ート14.0部、エチレンオキサイド付加1.6ヘキサジオールジアクリレート 39.0部、3-メトキシブチルアクリレート 8.0部、DC57 Additive (ダウコーニング製ポリエーテル変性シリコンオイル) 0.1部に光重合開始剤としてイルガキュア369 (チバ・スペチャリティー・ケミカルズ製) 5.6部を加えて60℃で光重合開始剤を加温溶解した溶液に、調製例1のミルベースを35部加えて十分に混合後、1.2μmのメンブランフィルターでろ過することによってジェットプリンター用インクを作製した。

【0041】(実施例2) ポリウレタンアクリレートオリゴマー (カプロラクトン変性ヒドロキシエチルアクリレートとトリレンジイソシアネートとの反応物) 4.5部、エチレンオキサイド付加トリメチロールプロパンアクリレート 9.5部、エチレンオキサイド付加1.6ヘキサジオールジアクリレート 63.0部、3-メトキシブチルアクリレート 3.0部、DC57 Additive 0.1部に光重合開始剤としてイルガキュア819 (チバ・スペチャリティー・ケミカルズ製) 4.0部、ダロキュア1173 (チバ・スペチャリティー・ケミカルズ製) 3.0部を加えて60℃で光重合開始剤を加温溶解した溶液に、調製例2のミルベースを20部加えて十分に混合後、1.2μmのメンブランフィルターでろ過することによってジェットプリンター用インクを作製した。

【0042】(比較例1) 実施例1で使用した調製例1のミルベースの代わりに比較調製例1のミルベースを用いて、実施例1と同様な方法でジェットプリンター用インクを作製した。

(比較例2) 実施例2で使用した調製例2のミルベース

の代わりに比較調製例2のミルベースを用いて、実施例2と同様な方法でジェットプリンター用インクを作製した。

(比較例3) 実施例1で使用した調製例1のミルベースの代わりに比較調製例3のミルベースを用いて、実施例1と同様な方法でジェットプリンター用インクを作製した。

【0043】実施例1～2、比較例1～2のインクの分散安定性、吐出性、硬化性を下記の方法により評価した。結果を表. 1に示す。一方比較例3のインクは未分散のシナジストがベース中に多量に存在してインキ化が不可能であった。

【0044】(分散安定性: 60℃保存30日の粘度変化) E型粘度計により、25℃での粘度を測定した。

(吐出性) ヘッド温度を45℃に保温したピエゾ式ヘッドを有するインクジェットプリンターで印刷を行い、記録物の印刷状態を目視により評価した。

○: 所定の位置に印刷できている。

×: 吐出しない。

(硬化性: メタノールラビング評価) ガラス面に印刷したものを、コンペア式UV照射装置により、120W/cmのメタルハライドランプ、0.5J/cm<sup>2</sup>の条件で紫外線照射し、印刷被膜の硬化状態をメタノールラビングにより評価した。

メタノールラビング評価: メタノールを含ませた綿棒を印刷物上に押しあて、左右に擦りつけて印刷被膜の剥離、薄化等の破壊がおこるまでの綿棒の通過した回数を計測する。

【0045】

【表1】

	粘度 (25℃)			分散安定性	吐出性		硬化性
	初期粘度	60℃14日保管後粘度	60℃30日保管後粘度		初期	60℃14日保管後	
実施例1	25.9	25.5	26.3	○	○	○	50回以上
実施例2	21.2	21.3	21.5	○	○	○	50回以上
比較例1	30.1	70.1	—	×	○	×	50回以上
比較例2	27.8	44.7	—	×	○	×	50回以上

【0046】上記の通り、本発明の処理顔料を用いた実施例1、2のインクが吐出性、分散安定性(粘度変化)、硬化性全て良好であるのに対し、未処理顔料を用いた比較例1、2のインクは分散安定性が不良であり、60℃14日保存インクの吐出性も不良であった。

【0047】

【発明の効果】本発明の製造方法により得られる顔料誘導体処理顔料は紫外線硬化型油性ジェットインク組成物に用いる色材として好適であり、これを用いることにより、吐出安定性、保存安定性に優れた紫外線硬化型ジェットインクを得ることができる。非水分散系(油性)で安定な分散液を得るためには、高分子分散剤は、溶解し

ないと高分子鎖が伸長せず、処理顔料への吸着点が露出しないため、高分子分散剤を溶解する(メタ)アクリレートを含むインクに含有させなければならない。

【0048】また、本発明における高分子分散剤としては、塩基性の吸着性の基を持つ高分子分散剤が好ましく、これを溶解する(メタ)アクリレートとしては、2-ヒドロキシ-3-フェノキシプロピルアクリレートが好ましい。2-ヒドロキシ-3-フェノキシプロピルアクリレートを顔料分散時に含有させることにより、高分子分散剤を溶解する希釈溶剤を添加する必要がなく、吐出安定性に加え、硬化被膜の耐久性に優れたインクジェット記録用組成物を作製することができる。

フロントページの続き

Fターム(参考) 2C056 EA13 FC02 FD20  
2H086 BA55 BA59  
4J037 CB26 EE02 EE28  
4J039 AD21 BC60 BE01 EA06 GA24